

PATENT COOPERATION TREATY

WO 01/25169
PCT/JP99/05666

01.4.23

特許

PCT

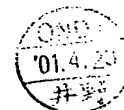
NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

ONDA, Hironori
12-1, Ohmiya-cho 2-chome
Gifu-shi, Gifu 500-8731
JAPON



| | | | |
|--|--|--|--|
| Date of mailing (day/month/year) 12 April 2001 (12.04.01) | | IMPORTANT NOTICE | |
| Applicant's or agent's file reference P3S99189 | | | |
| International application No. PCT/JP99/05666 | International filing date (day/month/year) 14 October 1999 (14.10.99) | Priority date (day/month/year) 06 October 1999 (06.10.99) | |
| Applicant NOF CORPORATION et al | | | |

1. Notice is hereby given that the International Bureau has communicated, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this Notice:
AU, KP, KR, US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present Notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:

AE, AL, AM, AP, AT, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EA, EE, EP, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, OA, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZW

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this Notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on
12 April 2001 (12.04.01) under No. WO 01/25169

REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a demand for international preliminary examination must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the national phase, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and Volume II of the PCT Applicant's Guide.

| | |
|---|------------------------------------|
| The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland | Authorized officer J. Zahra |
| Facsimile No. (41-22) 740.14.35 | Telephone No. (41-22) 338.83.38 |

PCT

EP



国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

| | | | |
|----------------------------|---|-------------------------|--|
| 出願人又は代理人 の書類記号 P3S99189 | 今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220) 及び下記5を参照すること。 | | |
| 国際出願番号 PCT/JP99/05666 | 国際出願日 (日.月.年) 14.10.99 | 優先日 (日.月.年) 06.10.99 | |
| 出願人(氏名又は名称) 日本油脂株式会社 | | | |

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1(a) 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C06D5/00, C06B31/28, F42B3/10

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C06D5/00, C06B31/28, F42B3/10, B60R21/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-1999年

日本国登録実用新案公報 1994-1999年

日本国実用新案登録公報 1996-1999年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAPLUS (STN)

REGISTRY (STN)

WPIS (STN)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| Y | JP, 11-92265, A (ダイセル化学工業株式会社) 6. 4月. 1999 (06. 04. 99) 【要約】、【特許請求の範囲】、段落【0040】 (ファミリーなし) | 1-11 |
| Y | JP, 10-120484, A (日本油脂株式会社) 12. 5月. 1998 (12. 05. 98) 【要約】、【特許請求の範囲】、段落【0035】、【0042】、 【0043】、【0050】、【0072】、【図1】 (ファミリーなし) | 1-11 |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

17. 12. 99

国際調査報告の発送日

28.12.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

平塚 政宏

4V

9041

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| A | JP, 7-267770, A (旭化成工業株式会社) 17. 10月. 1995 (17. 10. 95) 【要約】、【特許請求の範囲】、【実施例1】 (ファミリーなし) | 1-11 |
| A | JP, 58-79896, A (三菱化成工業株式会社) 13. 5月. 1983 (13. 05. 83) 特許請求の範囲、第2頁左下欄「表」 (ファミリーなし) | 1-11 |
| A | JP, 58-79895, A (三菱化成工業株式会社) 13. 5月. 1983 (13. 05. 83) 特許請求の範囲、第3頁左上欄「表」 (ファミリーなし) | 1-11 |
| Y | US, 5589661, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.) 31. 12月. 1996 (31. 12. 96) 要約、実施例、表1、特許請求の範囲 & EP, 705808, A1 | 1-11 |
| Y | US, 5596168, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.) 21. 1月. 1997 (21. 01. 97) 要約、実施例、表1、表2、特許請求の範囲 & EP, 705809, A1 | 1-11 |
| Y | EP, 576326, A1 (S.N.C. LIVBAG) 29. 12月. 1993 (29. 12. 93) 要約、第5頁1~22行、実施例1、実施例2、特許請求の範囲 & JP, 6-92770, A: 要約、特許請求の範囲、 段落【0025】~【0029】、【実施例】 | 1-11 |
| A | US, 3886008, A (Melvin A. Cook) 27. 5月. 1975 (27. 05. 75) 要約、特許請求の範囲 (ファミリーなし) | 1-11 |

特許協力条約に基づく国際出願願書

原本 (出願用) - 印刷日時 1999年10月14日 (14. 10. 1999) 本曜日 13時10分09秒

| | | |
|-----------|--|---|
| 0 | 受理官庁記入欄 | |
| 0-1 | 国際出願番号 | |
| 0-2 | 国際出願日 | |
| 0-3 | (受付印) | |
| 0-4 | この特許協力条約に基づく 国際出願願書(様式 - PCT/RO/101)は、 右記によって作成された。 | PCT-EASY Version 2.84 (updated 01. 07. 1999) |
| 0-5 | 申立て 出願人は、この国際出願が特許 協力条約に従って処理されるこ とを請求する。 | |
| 0-6 | 出願人によって指定された 受理官庁 | 日本国特許庁 (RO/JP) |
| 0-7 | 出願人又は代理人の書類記 号 | P3S99189 |
| 1 | 発明の名称 | ガス発生剤組成物 |
| 11 | 出願人 | 出願人である (applicant only) |
| 11-1 | この欄に記載した者は | 米国を除くすべての指定国 (all designated States except US) |
| 11-2 | 右の指定国についての出願人で ある。 | 日本油脂株式会社 NOF CORPORATION 150-0013 日本国 東京都 渋谷区 恵比寿4丁目20番3号 20-3, Ebisu 4-chome Shibuya-ku, Tokyo 150-0013 Japan |
| 11-4ja | 名称 | |
| 11-4en | Name | |
| 11-5ja | あて名: | |
| 11-5en | Address: | |
| 11-6 | 国籍 (国名) | 日本国 JP |
| 11-7 | 住所 (国名) | 日本国 JP |
| 11-8 | 電話番号 | 03-5424-6600 |
| 11-9 | ファクシミリ番号 | 03-5424-6800 |
| 111-1 | その他の出願人又は発明者 | 出願人及び発明者である (applicant and inventor) |
| 111-1-1 | この欄に記載した者は | 米国のみ (US only) |
| 111-1-2 | 右の指定国についての出願人で ある。 | 芹澤 一哉 SERIZAWA, Kazuya 475-0836 日本国 愛知県 半田市 青山2-3-8 2-3-8, Aoyama Handa-shi, Aichi 475-0836 Japan |
| 111-1-4ja | 氏名(姓名) | |
| 111-1-4en | Name (LAST, First) | |
| 111-1-5ja | あて名: | |
| 111-1-5en | Address: | |
| 111-1-6 | 国籍 (国名) | 日本国 JP |
| 111-1-7 | 住所 (国名) | 日本国 JP |

特許協力条約に基づく国際出願願書

P3 S99189


原本 (出願用) - 印刷日時 1999年10月14日 (14. 10. 1999) 木曜日 13時10分09秒

| | | |
|--|--|--|
| III-2 III-2-1 | その他の出願人又は発明者 この欄に記載した者は | 出願人及び発明者である (applicant and inventor) |
| III-2-2 | 右の指定国についての出願人である。 | 米国のみ (US only) |
| III-2-4ja III-2-4en III-2-5ja | 氏名 (姓名) Name (LAST, First) あて名: | 高橋 勝彦 TAKAHASHI, Katsuhiko 470-3232 日本国 愛知県 知多郡 美浜町 美浜緑苑 3-3-13 3-3-13, Mihamaryokuen Mihama-cho, Chita-gun, Aichi 470-3232 Japan |
| III-2-5en | Address: | 3-3-13, Mihamaryokuen Mihama-cho, Chita-gun, Aichi 470-3232 Japan |
| III-2-6 III-2-7 | 国籍 (国名) 住所 (国名) | 日本国 JP 日本国 JP |
| IV-1 IV-1-1ja IV-1-1en IV-1-2ja IV-1-2en IV-1-3 IV-1-4 | 代理人又は共通の代表者、 通知のあて名 下記の者は国際機関において右 記のごとく出願人のために行動 する。 氏名 (姓名) Name (LAST, First) あて名: Address: 電話番号 ファクシミリ番号 | 代理人 (agent) 恩田 博宣 ONDA, Hironori 500-8731 日本国 岐阜県 岐阜市 大宮町 2丁目 1 2 番地の 1 12-1, Ohmiya-cho 2-chome, Gifu-shi, Gifu 500-8731 Japan 058-265-1810 058-266-1339 |
| V V-1 | 国の指定 広域特許 (他の種類の保護又は取扱いを 求める場合には括弧内に記載す る。) | AP: GH GM KE LS MW SD SL SZ UG ZW 及びハラレプロトコルと特許協力条約の締約国で ある他の国 EA: AM AZ BY KG KZ MD RU TJ TM 及びユーラシア特許条約と特許協力条約の締約国 である他の国 EP: AT BE CH&LI CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE 及びヨーロッパ特許条約と特許協力条約の締約国 である他の国 OA: BF BJ CF CG CI CM GA GN GW ML MR NE SN TD TG 及びアフリカ知的所有権機構と特許協力条約の締 約国である他の国 |
| V-2 | 国内特許 (他の種類の保護又は取扱いを 求める場合には括弧内に記載す る。) | AE AL AM AT AU AZ BA BB BG BR BY CA CH&LI CN CR CU CZ DE DK DM EE ES FI GB GD GE GH GM HR HU ID IL IN IS JP KE KG KP KR KZ LC LK LR LS LT LU LV MD MG MK MN MW MX NO NZ PL PT RO RU SD SE SG SI SK SL TJ TM TR TT TZ UA UG US UZ VN YU ZA ZW |

特許協力条約に基づく国際出願願書

P3S99189

原本 (出願用) - 印刷日時 1999年10月14日 (14. 10. 1999) 木曜日 13時10分09秒

| | | | |
|--------|---|---|---------------|
| V-5 | 指定の確認の宣言 出願人は、上記の指定に加えて、規則1.9(b)の規定に基づき、特許協力条約のもとで認められる他の全ての国の指定を行う。ただし、V-6欄に示した国の指定を除く。出願人は、これらの追加される指定が確認を条件としていること、並びに優先日から15月が経過する前にその確認がなされない指定は、この期間の経過時に、出願人によって取り下げられたものとみなされることを宣言する。 | | |
| V-6 | 指定の確認から除かれる国 | なし (NONE) | |
| VI-1 | 先の国内出願に基づく優先権主張 | | |
| VI-1-1 | 先の出願日 | 1999年10月06日 (06. 10. 1999) | |
| VI-1-2 | 先の出願番号 | 平成11年特許願第285239号 | |
| VI-1-3 | 国名 | 日本国 JP | |
| VII-1 | 特定された国際調査機関 (ISA) | 日本国特許庁 (ISA/JP) | |
| VIII | 照合欄 | 用紙の枚数 | 添付された電子データ |
| VIII-1 | 願書 | 4 | - |
| VIII-2 | 明細書 | 26 | - |
| VIII-3 | 請求の範囲 | 2 | - |
| VIII-4 | 要約 | 1 | 99189abst.txt |
| VIII-5 | 図面 | 2 | - |
| VIII-7 | 合計 | 35 | |
| IX | 添付書類 | 添付 | 添付された電子データ |
| IX-8 | 手数料計算用紙 | ✓ | - |
| IX-16 | PCT-EASYディスク | - | フレキシブルディスク |
| IX-18 | 要約書とともに提示する図の番号 | 1a | |
| IX-19 | 国際出願の使用言語名: | 日本語 (Japanese) | |
| IX-1 | 提出者の記名押印 |  | |
| IX-1-1 | 氏名 (姓名) | 恩田 博宣 | |

受理官庁記入欄

| | | |
|--------|---|--|
| 10-1 | 国際出願として提出された書類の実際の受理の日 | |
| 10-2 | 図面: | |
| 10-2-1 | 受理された | |
| 10-2-2 | 不足図面がある | |
| 10-3 | 国際出願として提出された書類を補完する書類又は図面であってその後期間内に提出されたものの実際の受理の日 (訂正日) | |
| 10-4 | 特許協力条約第II条(2)に基づく必要な補完の期間内の受理の日 | |

特許協力条約に基づく国際出願願書

原本（出願用） - 印刷日時 1999年10月14日（14. 10. 1999） 木曜日 13時10分09秒

P3 S99189

| | | |
|------|----------------------------------|--------|
| 10-5 | 出願人により特定された国際調査機関 | ISA/JP |
| 10-6 | 調査手数料未払いにつき、国際調査機関に調査用写しを送付していない | |

国際事務局記入欄

| | | |
|------|-----------|--|
| 11-1 | 記録原本の受理の日 | |
|------|-----------|--|

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/05666

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| Y | US, 5589661, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.), 31 December, 1996 (31.12.96), abstract; example; Table 1; Claims & EP, 705808, A1 | 1-11 |
| Y | US, 5596168, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.), 21 January, 1997 (21.01.97), abstract; example; Tables 1,2; Claims & EP, 705809, A1 | 1-11 |
| Y | EP, 576326, A1 (S.N.C. LIVBAG), 29 December, 1993 (29.12.93), abstract; page 5, lines 1 to 23; examples 1, 2; Claims & JP, 6-92770, A abstract; Claims; Par. Nos. [0025] to [0029]; example | 1-11 |
| A | US, 3886008, A (Melvin A. Cook), 27 May, 1975 (27.05.75), abstract; Claims Family: none | 1-11 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/05666

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C06D5/00, C06B31/28, F42B3/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C06D5/00, C06B31/28, F42B3/10, B60R21/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

| | | | |
|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|
| Jitsuyo Shinan Koho | 1922-1996 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-1999 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-1999 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-1999 |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAPLUS (STN)
REGISTRY (STN)
WPIS (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| Y | JP, 11-92265, A (Daicel Chemical Industries, Ltd.), 06 April, 1999 (06.04.99), abstract; Claims; Par. No. [0040] (Family: none) | 1-11 |
| Y | JP, 10-120484, A (NOF Corporation), 12 May, 1998 (12.05.98), abstract; Claims; Par. Nos. [0035], [0042], [0043], [0050], [0072]; Fig. 1 (Family: none) | 1-11 |
| A | JP, 7-267770, A (Asahi Chemical Industry Co., Ltd.), 17 October, 1995 (17.10.95), abstract; Claims; example 1 (Family: none) | 1-11 |
| A | JP, 58-79896, A (Mitsubishi Kasei Kogyo K.K.), 13 May, 1983 (13.05.83), Claims; page 2, lower left column, "Table" (Family: none) | 1-11 |
| A | JP, 58-79895, A (Mitsubishi Kasei Kogyo K.K.), 13 May, 1983 (13.05.83), Claims; page 3, upper left column, "Table" (Family: none) | 1-11 |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

| | |
|---|--|
| * Special categories of cited documents: | later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention |
| "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance | "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone |
| "E" earlier document but published on or after the international filing date | "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art |
| "I" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) | "&" document member of the same patent family |
| "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means | |
| "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | |

Date of the actual completion of the international search
17 December, 1999 (17.12.99)

Date of mailing of the international search report
28 December, 1999 (28.12.99)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年4月12日 (12.04.2001)

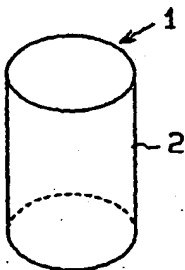
PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/25169 A1

- (51) 国際特許分類: C06D 5/00, C06B 31/28, F42B 3/10 (74) 代理人: 恩田博宣(ONDA, Hironori); 〒500-8731 岐阜県岐阜市大宮町2丁目12番地の1 Gifu (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP99/05666
- (22) 国際出願日: 1999年10月14日 (14.10.1999)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願平11/285239 1999年10月6日 (06.10.1999) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日本油脂株式会社 (NOF CORPORATION) [JP/JP]; 〒150-0013 東京都渋谷区恵比寿4丁目20番3号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 芹澤一哉 (SERIZAWA, Kazuya) [JP/JP]; 〒475-0836 愛知県半田市青山2-3-8 Aichi (JP). 高橋勝彦 (TAKAHASHI, Katsuhiko) [JP/JP]; 〒470-3232 愛知県知多郡美浜町美浜緑苑3-3-13 Aichi (JP).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: GAS GENERATOR COMPOSITION

(54) 発明の名称: ガス発生剤組成物



(57) Abstract: A gas generator composition comprising ammonium nitrate as an oxidizing agent, powdery microcrystalline carbon as a reducing agent, and a stabilizer which inhibits the ammonium nitrate from decomposing. The contents of the ammonium nitrate, microcrystalline carbon, and stabilizer are 89 to 99 wt.%, 1 to 6 wt.%, and 0.2 to 6 wt.%, respectively, based on the total amount of these. The content of the microcrystalline carbon is desirably 1.5 to 6 wt.% based on that of the ammonium nitrate, while the content of the stabilizer is desirably 10 to 200 wt.% based on that of the microcrystalline carbon. The composition has excellent long-term stability especially at high temperatures, has a moderate combustion rate, generates substantially no carbon monoxide, has adequate sensitivity, and is easy to handle and inexpensive.

WO 01/25169 A1



(57) 要約:

ガス発生剤組成物は、酸化剤としての硝酸アンモニウム、還元剤としての粉末状微結晶炭素及び硝酸アンモニウムの分解を抑制する安定剤より構成されている。硝酸アンモニウム、微結晶炭素及び安定剤の総量に対して硝酸アンモニウムの含有量が89～99重量%、微結晶炭素の含有量が1～6重量%及び安定剤の含有量が0.2～6重量%である。また、微結晶炭素の含有量は硝酸アンモニウムの含有量に対して1.5～6重量%、安定剤の含有量は粉末状微結晶炭素の含有量に対して10～200重量%であることが望ましい。この組成物は経時安定性、特に高温での経時安定性に優れ、適度な燃焼速度を有し、実質的に一酸化炭素を生成せず、感度が適正で取扱いが容易であり、しかも安価である。

明 細 書

ガス発生剤組成物

技術分野

この発明は、例えば車両に搭載され、乗員を保護するエアバッグを膨張させるためのガス発生装置、又は、シートベルトを巻き上げるためのプリテンショナー装置に装填されるガス発生剤組成物に関するものである。

背景技術

この種のエアバッグを膨らませるために用いられるガス発生剤として、従来からアジ化ナトリウムと各種酸化剤とを主成分とするものが知られている。しかし、アジ化ナトリウムの強い毒性や取扱い性の悪さから、最近ではアジ化ナトリウムを使用しないガス発生剤が求められている。また、ガス発生剤としては、経時安定性に優れ、適度な燃焼速度を有し、一酸化炭素及び燃焼残渣が発生せず、取扱い性に優れ、しかも生成ガス量が多く、安価なものが要求されている。こうした要求に応じるために、硝酸アンモニウムを主成分とするガス発生剤が多方面で研究されている。

例えば、特開平 1 1 - 9 2 2 6 5 号公報には、カーボンブラック又は活性炭粉末と、相安定化硝酸アンモニウムとよりなるガス発生剤組成物が開示されている。このガス発生剤組成物は、ガス発生効率と燃焼効率に優れ、しかも、燃焼速度が速いものである。

ところが、上記公報に記載のガス発生剤組成物は、ガス発生効率や燃焼速度等の燃焼性能に優れた組成になっているものの、経時的な安定性について配慮された組成にはなっていない。このため、ガス発生剤組成物を燃焼させる前の保存時における経時安定性、特に高温における経時安定性に劣る。

この発明は、このような従来技術に存在する問題点に着目してなされたものである。その目的とするところは、経時安定性、特に高温での経時安定性に優れ、適度な燃焼速度を有し、実質的に一酸化炭素を生成せず、感度が適正で取扱いが

容易であり、しかも安価なガス発生剤組成物を提供することにある。

発明の開示

上記目的を達成するために、本発明の一態様におけるガス発生剤組成物は、酸化剤としての硝酸アンモニウム、還元剤としての粉末状微結晶炭素及び安定剤よりなり、硝酸アンモニウム、粉末状微結晶炭素及び安定剤の総量に対して硝酸アンモニウムの含有量が89～99重量%、粉末状微結晶炭素の含有量が1～6重量%及び安定剤の含有量が0.2～6重量%であるものである。

好適な態様におけるガス発生剤組成物は、前記粉末状微結晶炭素の含有量が硝酸アンモニウムの含有量に対して1.5～6重量%であり、安定剤の含有量が粉末状微結晶炭素の含有量に対して10～200重量%であるものである。

別の好適な態様におけるガス発生剤組成物は、前記硝酸アンモニウムの平均粒子径が1～1000 μm であり、粉末状微結晶炭素の平均粒子径が1～500 μm でかつ比表面積が5～1600 m^2/g であり、安定剤の平均粒子径が0.1～500 μm であるものである。

図面の簡単な説明

図1(a)～(h)はガス発生剤成形物の形状を示す斜視図。

図2はガス発生剤の燃焼測定用の密閉ボンブ試験装置を示す断面図。

発明を実施するための最良の形態

以下、この発明の実施形態について詳細に説明する。

ガス発生剤組成物（以下、必要に応じて単にガス発生剤という）は、酸化剤としての硝酸アンモニウム、還元剤としての粉末状微結晶炭素及び安定剤よりなり、硝酸アンモニウム、微結晶炭素及び安定剤の総量に対して硝酸アンモニウムの含有量が89～99重量%、微結晶炭素の含有量が1～6重量%及び安定剤の含有量が0.2～6重量%であるものである。

硝酸アンモニウムは酸化剤として機能し、ガス発生剤の燃焼時に微結晶炭素を酸化させて窒素ガスや炭酸ガスを発生させる。この硝酸アンモニウムは、他の成分との混合性と燃焼性の点から粉末であることが望ましい。その平均粒子径は $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ であることが好ましく、ガス発生剤より得られる成形物の機械的物性及び燃焼性能を考慮すれば $1 \sim 500 \mu\text{m}$ であることがさらに好ましく、 $1 \sim 200 \mu\text{m}$ であることが特に好ましい。

硝酸アンモニウムの平均粒子径が $1 \mu\text{m}$ 未満の場合、硝酸アンモニウムの製造が困難になる。一方、平均粒子径が $1000 \mu\text{m}$ を越えると、ガス発生剤成形物を製造するためのバインダーと混合しにくくなるため、成形物の機械的物性が悪くなる傾向にあり、しかも成形物を燃焼させたときの燃焼速度が遅くなる傾向にある。

また、硝酸アンモニウムとしては、結晶構造が温度により変化するのを抑制した相転移抑制型の硝酸アンモニウムを使用することもできる。この種の硝酸アンモニウムは、次のようにして得られる。まず、所定の温度に加熱した溶融槽内にて溶融させた硝酸アンモニウムに、例えば酸化亜鉛、酸化ニッケル、酸化銅、臭化カリウム、硝酸カリウム又は過塩素酸カリウム等を加えて混合する。次いで、この混合物を溶融槽内で攪拌しながら冷却することにより、相転移抑制型の硝酸アンモニウムが得られる。あるいは、溶融槽内で混合した後、圧縮機からの圧縮空気で溶融物を噴霧させることにより、相転移抑制型の硝酸アンモニウムが得られる。

一般的に、結合剤の使用量を、たとえば、 $2 \sim 3$ 重量%というように少なく設定した状態で、圧縮成形法によって得られる成形物は、温度により硝酸アンモニウムの結晶構造が変化し、ガス発生剤の粉化が生じる。このため、圧縮成形法により成形物を製造する場合には、硝酸アンモニウムとして相転移抑制型の硝酸アンモニウムを使用することが望ましい。

一方、結合剤を 10 重量%程度使用して、押出成形法によって得られる成形物は、硝酸アンモニウムの表面が結合剤で十分に覆われている。そのため、温度に

より生じる硝酸アンモニウムの結晶構造の変化を結合剤が吸収し、ガス発生剤の粉化を防止することができる。

従って、ガス発生剤成形物を押出成形法にて成形する場合には、前記相転移抑制型硝酸アンモニウムではなく、通常の硝酸アンモニウムを使用することが望ましい。この場合、ガス発生装置内のフィルターの簡略化及びガス発生装置の小型化を図ることのでき、燃焼残渣が発生しないからである。

また、硝酸アンモニウムは著しい吸湿性も有している。そのような吸湿性を抑制するために、表面をコーティング処理した硝酸アンモニウムを使用することが望ましい。

このコーティングした硝酸アンモニウムは、次のようにして得られる。まず、有機溶剤とコーティング剤を容器内に入れ、有機溶剤の温度が70～80℃となるまで加熱してコーティング剤を有機溶剤に溶解する。その後、その容器内へ硝酸アンモニウムを入れて攪拌しながら、混合物の温度を常温となるまで下げることにより、表面をコーティングした硝酸アンモニウムが得られる。

コーティング剤としては、硝酸アンモニウムの表面をコーティングしたときに、吸湿を防止できるものであれば、いかなるものでも使用できる。例えば、ポリエチレングリコール等のポリグリコール系ポリマー、ポリビニル系ポリマー及びパラフィンワックス等が挙げられる。これらのうち、硝酸アンモニウムの吸湿を防止するコーティング剤としての効率を考慮すれば、ポリエチレングリコールが最も好ましい。

また、ポリエチレングリコール自身の吸湿性を考慮すれば、分子量6000～20000のポリエチレングリコールを使用することがさらに好ましい。このようなコーティング処理を行うことにより、硝酸アンモニウムの吸湿を防止でき、硝酸アンモニウムの取扱いを容易にすることができる。さらに、コーティング処理された硝酸アンモニウムは、バインダーとの相溶性も改善されるため、成形物の機械的物性も向上する。

硝酸アンモニウムの配合量は、硝酸アンモニウム、粉末状微結晶炭素及び安

定剤の総量に対して 89～99 重量%が好ましく、ガス発生剤の生成ガス量及び生成ガス中に一酸化炭素が実質的に生成しないように考慮すれば 91～98 重量%がさらに好ましく、93～98 重量%が特に好ましい。

硝酸アンモニウムの配合量が 89 重量%未満では、ガス発生剤燃焼時の生成ガス量が低下し、しかもその際一酸化炭素が生成する。また、99 重量%を越えると燃焼速度が遅くなり、さらに低圧での燃焼が維持できなくなる。

この明細書において、一酸化炭素が実質的に生成しない条件とは、生成ガス中に占める一酸化炭素の濃度が 5000 ppm 以下であることを意味する。

次に、粉末状微結晶炭素について説明する。粉末状微結晶炭素は、二次元的には黒鉛に類似している。第一の形式の微結晶炭素では、複数の六角形の各頂点に配置された炭素が互いに結合することにより、網状の平面が形成され、複数の網平面が互いに平行に層状に配置され、かつ、ほぼ等間隔をおいて積み重なっている。しかし、各網平面又は各層における炭素原子は、その網平面又は層に対して垂直な方向に関しては、完全には配向してはいない。また、第二の形式の微結晶炭素には、六角形の各頂点に配置された炭素原子が隣接する炭素原子と不規則に連結されて、その黒鉛層の表面にゆがみを有するものもある。いずれの形式であっても、粉末状微結晶炭素は、構造的な完全性に欠ける黒鉛系の微結晶の集合体である。

この粉末状微結晶炭素は還元剤として機能し、酸化剤である前記硝酸アンモニウムと反応することによって窒素ガス、炭酸ガス及び水（水蒸気）等を生成し、ガス発生剤にその機能を発現させる。この粉末状微結晶炭素としては、活性炭、コークス、木炭、獣炭、骨炭、アセチレンブラック及びカーボンブラック等であれば特別に制限されるものではないが、ガス発生剤の燃焼性能を向上させるためには活性炭が好ましい。

活性炭を製造するための出発原料としては、やし殻、石炭、木炭等が挙げられるが、特別に制限されるものではない。活性炭としては、細孔径の小さいやし殻系のものが好ましい。

また、活性炭を製造するための賦活方法は、水蒸気、二酸化炭素及び空気などによるガス賦活法と、塩化亜鉛及び塩化カルシウムなどによる薬品賦活法とがあり、それらの賦活方法であれば特別に制限されるものではない。活性炭の好ましい賦活方法は、細孔径の小さいものが得られるガス賦活法である。

微結晶炭素の平均粒子径は $0.1 \sim 500 \mu\text{m}$ が好ましく、ガス発生剤成形物の機械的物性及び燃焼性能を考慮すれば $1 \sim 100 \mu\text{m}$ がさらに好ましく、 $3 \sim 50 \mu\text{m}$ が特に好ましい。この平均粒子径が $500 \mu\text{m}$ を越えると、燃焼速度が遅くなる傾向にある。逆に、平均粒子径が $0.1 \mu\text{m}$ 未満では製造性が悪くなる傾向にある。

さらに、微結晶炭素の比表面積は $5 \sim 1600 \text{m}^2/\text{g}$ が好ましく、ガス発生剤成形物の機械的物性及び燃焼性能を考慮すれば $10 \sim 1500 \text{m}^2/\text{g}$ がさらに好ましく、 $50 \sim 1300 \text{m}^2/\text{g}$ が特に好ましい。比表面積が $1600 \text{m}^2/\text{g}$ を越えると、粉末状微結晶炭素の製造性が悪くなる傾向にある。逆に、比表面積が $5 \text{m}^2/\text{g}$ 未満では、ガス発生剤成形物の燃焼速度が遅くなる傾向にある。

また、粉末状微結晶炭素の配合量は、硝酸アンモニウム、微結晶炭素及び安定剤の総量に対して、 $1 \sim 6$ 重量%が好ましく、燃焼性能を向上させ、しかも生成ガス中に一酸化炭素を実質的に生成しないようにするには $1 \sim 5$ 重量%がさらに好ましく、 $1.5 \sim 5$ 重量%が特に好ましい。この配合量が 1 重量%未満では、ガス発生剤の燃焼速度が遅くなり、さらに低圧での燃焼が維持できなくなる傾向にある。逆に、 6 重量%を越えるとガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が生成する傾向にある。

また、微結晶炭素の配合量は、硝酸アンモニウムの配合量に対して、 $1.5 \sim 6$ 重量%が好ましく、燃焼性能を向上させ、しかもガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素を実質的に生成しないようにするには $1.5 \sim 5.5$ 重量%がさらに好ましく、 $1.5 \sim 5$ 重量%が特に好ましい。この配合量が 1.5 重量%未満では、燃焼速度が遅くなり、さらに低圧での燃焼が維持できなくなる傾向にある。逆に、

6重量%を越えると、ガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が生成する傾向にある。

次に、安定剤について説明する。この安定剤は、硝酸アンモニウム及び粉末状微結晶炭素により作製されたガス発生剤の経時安定性、特に高温での経時安定性を向上させるように機能するものである。

このような安定剤としては、ジフェニルウレア、メチルジフェニルウレア、エチルジフェニルウレア、ジエチルジフェニルウレア、ジメチルジフェニルウレア、メチルエチルジフェニルウレア、ジフェニルアミン、2-ニトロジフェニルアミン、ジフェニルウレタン、エチルフェニルウレタン、メチルフェニルウレタン、レゾルシノール等が挙げられる。これらの安定剤のうち、硝酸アンモニウムの分解抑制機能の点から、ジフェニルアミン、レゾルシノール及びジエチルジフェニルウレアより選ばれる少なくとも一種が好ましい。これらの中では、ジフェニルアミンが最も好ましく、次にレゾルシノールが好ましく、次いでジエチルジフェニルウレアが好ましい。

安定剤の平均粒子径は0.1～500 μm が好ましく、ガス発生剤の経時安定性向上を考慮すれば1～100 μm がさらに好ましく、1～50 μm が特に好ましい。安定剤の平均粒子径が500 μm を越えると、ガス発生剤の経時安定性向上の効果を発揮できない傾向にある。逆に、平均粒子径が0.1 μm 未満ではガス発生剤の製造性が悪くなる傾向にある。

また、安定剤の配合量は、硝酸アンモニウム、粉末状微結晶炭素及び安定剤の総量に対して、0.2～6重量%であり、ガス発生剤の経時安定性を向上させ、しかもガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が実質的に生成しないようにするには、0.2～4重量%が好ましく、0.2～3重量%が特に好ましい。この配合量が0.2重量%未満では、ガス発生剤の経時安定性向上の効果が発揮されない。逆に、6重量%を越えるとガス発生剤の燃焼速度が遅くなり、その燃焼時に一酸化炭素が生成する。

また、安定剤の配合量は、粉末状微結晶炭素の配合量に対して、10～200重量%が好ましく、ガス発生剤の経時安定性を向上させ、しかもガス発生剤の燃

焼時に一酸化炭素を実質的に生成しないようにするには30～100重量%がさらに好ましく、40～60重量%が特に好ましい。この配合量が10重量%未満では、ガス発生剤の経時安定性向上の効果が発揮されない傾向にある。逆に、200重量%を越えると燃焼速度が遅くなり、ガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が生成する傾向にある。

次に、ガス発生剤の燃焼速度をさらに向上させるためには、高エネルギー物質を配合することが好ましい。そのような高エネルギー物質としては、RDX（トリメチレントリニトロアミン）、HMX（テトラメチレンテトラニトロアミン）、PETN（ペンタエリスリトールテトラナイトレート）、TAGN（トリアミノグアニジンナイトレート）、HN（硝酸ヒドラジン）等が挙げられる。これらのうち、酸化剤である硝酸アンモニウムとの反応性を考慮すればRDXが最も好ましい。

また、高エネルギー物質の平均粒子径は1～500 μ mが好ましく、ガス発生剤成形物の機械的物性及び燃焼性能を考慮すれば、1～100 μ mがさらに好ましく、1～30 μ mが特に好ましい。

この平均粒子径が1 μ m未満では、高エネルギー物質の製造が困難になりやすい。一方、平均粒子径が500 μ mを越えると、バインダーとの混ざりが悪いいため、成形物の機械的物性が悪くなる傾向にあり、また燃焼速度向上の効果が発揮されない傾向にある。

高エネルギー物質の配合量は、ガス発生剤組成物中において、15重量%以下であることが好ましく、取扱い性及び燃焼性能を向上させ、しかもガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が実質的に生成しないようにするには1～10重量%がさらに好ましく、1～5重量%が特に好ましい。高エネルギー物質の配合量が15重量%を越えると、衝撃等の感度が高くなるため取り扱いが困難となる。

次に、ガス発生剤組成物には、成形物を製造するにあたり、ガス発生剤の粒状化（グレイン化）を行うために結合剤を配合することが好ましい。そのような結合剤としては、酢酸セルロース、酪酸セルロース、ポリエステル、ポリエーテル、

ポリウレタン、ニトロセルロース、ポリビニルアルコール、グリシジルアジドポリマー、熱可塑性エラストマー類、熱硬化性エラストマー類等が挙げられる。また、これらの混合物も使用可能である。

結合剤の配合量は、ガス発生剤組成物中において、25重量%以下が好ましく、ガス発生剤成形物の機械的物性及び燃焼速度を向上させ、しかもガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が実質的に生成しないようにするには6～20重量%がさらに好ましく、8～15重量%が特に好ましい。結合剤の配合量が25重量%を越えると、ガス発生剤成形物の機械的物性は向上するが、他の組成の配合比率が低下するため、燃焼性が悪くなり、またガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が生成し、さらに燃焼速度が遅くなる傾向にある。

次に、ガス発生剤組成物には可塑性を付与し、成形性を向上させるために可塑剤を配合することが好ましい。そのような可塑剤としては、結合剤と相溶性の良いものであればいかなるものでも使用できる。具体的には例えば、ジブチルフタレート、ジメチルフタレート、ジエチルフタレート等のフタル酸ジエステル可塑剤、リン酸エステル、トリアセチン、アセチルトリエチルサイトレート等の脂肪酸エステル可塑剤、トリメチロールエタントリナイトレート、ジエチレングリコールジナイトレート、トリエチレングリコールジナイトレート、ニトログリセリン、ビス-2, 2-ジニトロプロピルアセタール/ホルマール等のニトロ可塑剤、グリシジルアジド可塑剤等が挙げられる。

可塑剤の添加量は、ガス発生剤組成物中において5重量%以下が好ましく、ガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が実質的に生成しないようにするには、0.1～4重量%がさらに好ましく、0.1～3重量%が特に好ましい。

可塑剤の添加量が5重量%を越えると可塑剤としての効果は多大となるが、他の組成の配合比率が低下するため燃焼性が悪くなり、またガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素が生成する傾向にある。

次に、有機溶剤を用いた押出成形法によるガス発生剤成形物の製造方法について説明する。

まず最初に、硝酸アンモニウム、粉末状微結晶炭素、安定剤及び必要により高エネルギー物質、結合剤及び可塑剤を所定量計量する。

押出成形法で用いられる有機溶剤としては結合剤を完全に溶かすもの全て使用可能である。具体的には例えば、アセトン、エチルアルコール、酢酸エチル等の有機溶剤が挙げられる。これらの混合溶液も使用可能である。例えば、アセトンとエチルアルコールの混合溶液における混合割合は、重量比でアセトン／エチルアルコール＝90／10～20／80重量%が好ましい。ガス発生剤組成物の成形性を考慮すれば重量比でアセトン／エチルアルコール＝80／20～40／60重量%がさらに好ましい。なぜならば、アセトンのみでは蒸発速度が速いためガス発生剤成形物の製造が困難となり、逆にエチルアルコールのみでは結合剤を完全に溶かすことが困難となるからである。

その後、全ての原材料を混和機内に入れ、それに前記有機溶剤液を適量混和機内に加えて均一な混合物を調製する。そして、均一に混合された混合物を押出装に装填し、所定の圧力を加え、ダイスに通しながら混合物を押し出すことにより、所定の形状及び大きさのガス発生剤が成形される。

すなわち、ガス発生剤成形物1の形状には、図1(a)に示すような中実の円柱体2、図1(b)に示すような軸線方向に延びる貫通孔3を有する円柱体2、図1(c)に示すような7個の貫通孔3を有する円柱体2、図1(d)に示すような19個の貫通孔3を有する円柱体2を採用できる。さらに、図1(e)に示すような7個の貫通孔3を有する異形柱体4、図1(f)に示すような19個の貫通孔3を有する異形柱体4、図1(g)に示すような7個の貫通孔3を有する六角柱体5、及び図1(h)に示すような19個の貫通孔3を有する六角柱体5が挙げられる。

図1(c)～図1(h)に示すガス発生剤成形物1では、成形物の外周部分に位置する貫通孔3の中心を結ぶことによって得られる形状は、いずれも正六角形であり、隣接する3つの貫通孔3の中心を結ぶことによって得られる形状は、全て正三角形である。従って、各貫通孔3間の距離は全て等距離となっている。

また、このガス発生剤成形物 1 の形状と大きさは、用途により大きく異なるが、一般的には外径が 0.5 ～ 50 mm、長さ（以下、薬長という）0.5 ～ 50 mm 程度である。例えば、自動車が衝突した時、ごく短時間での作動、具体的には 5 ～ 20 ms で燃焼が完了することを要求されるプリテンショナー用ガス発生剤等には、外径 0.5 ～ 5 mm、内孔径 0.1 ～ 4 mm、薬長 0.5 ～ 5 mm 程度の図 1（b）に示すような貫通孔 3 を有する円柱体 2 が使用される。

ここで、プリテンショナー装置とは、自動車用シートベルトに装着され、衝突時にガス発生剤が点火されて燃焼し、その際発生する圧力によりシートベルトを巻き上げて、体が前方に押し出されるのを防止する装置である。

ガス発生剤の成形性及びガス発生速度を考慮すれば、ガス発生剤成形物 1 の寸法で好ましいのは外径 0.5 ～ 2 mm、内孔径 0.2 ～ 1 mm、薬長 0.5 mm ～ 2 mm である。成形物の表面から内孔までの厚みが 0.1 mm 以下又は長さが 0.5 mm 未満では成形が困難となる傾向にある。また、厚さが 1 mm を越える場合又は長さが 5 mm を越える場合、ガス発生速度が遅く、ガス発生剤としての性能を十分に発揮できない傾向にある。

例えば、プリテンショナー用ガス発生剤ほど速くないガス発生速度、具体的には 25 ～ 55 ms で燃焼が完了することを要求されるエアバッグ用のガス発生剤成形物 1 には、外径 5 ～ 40 mm、内孔径 1 ～ 10 mm、薬長 5 ～ 40 mm 程度の図 1（c）から図 1（h）に示すもの、又は外径 3 ～ 10 mm、内孔径 1 ～ 8 mm、薬長 2 ～ 10 mm 程度の図 1（b）に示すものが使用される。但し、厚さが 3 mm を越えた場合、ガス発生速度が遅く、ガス発生剤としての性能を十分に発揮できない傾向にある。

また、アセトン、エチルアルコール、酢酸エチル等の有機溶剤がガス発生剤中に多く含有していると燃焼性能の低下がみられるため、有機溶剤をできる限り取り除くことが好ましい。乾燥終了時の有機溶剤分は通常 0.5 重量%、水分は 1.0 重量%以下が好ましく、成形後の取扱いを考慮すれば有機溶剤分 0.3 重量%以下、水分 0.5 重量%以下がさらに好ましく、有機溶剤分 0.1 重量%以下、

水分 0.2 重量%以下が特に好ましい。この有機溶剤分が 0.5 重量%又は水分が 1.0 重量%を越える場合、ガス発生剤のガス発生速度や機械的物性が低下する傾向がある。

さて、自動車などの車両が高速で衝突した際、その衝撃を感知した後、瞬時に電氣的又は機械的手段によりガス発生装置内の点火剤が点火され、この火炎によりガス発生剤が着火、燃焼される。ガス発生剤の燃焼によって硝酸アンモニウムと粉末状微結晶炭素とが反応し、主に窒素ガス (N_2) と炭酸ガス (CO_2) とが発生する。その結果、エアバッグが展開される。

ガス発生剤の燃焼速度は、1 ~ 500 mm/秒程度である。1 mm/秒未満の燃焼速度の場合、エアバッグ内の圧力上昇が遅いため望ましくない。一方、500 mm/秒を越える燃焼速度の場合、エアバッグ内の圧力が急激に上昇し、エアバッグが破れる等の問題が生じるため、ガス発生剤としての性能を十分に発揮できない傾向にある。

ガス発生装置が作動しない場合には、ガス発生剤は車両に装着されたガス発生装置内に長期間保持される。その場合、車両内部の温度上昇により高温に晒されるときがある。ガス発生剤中の硝酸アンモニウムは高温でも比較的分解しにくいですが、粉末状微結晶炭素が存在することによって硝酸アンモニウムの分解が促進される。

硝酸アンモニウムの分解機構は定かではないが、硝酸アンモニウムが分解すると分解生成物 (NO_2 等の NO_x) が生じ、その分解生成物自体が分解していない硝酸アンモニウムを攻撃すること、すなわち自触媒反応によって、硝酸アンモニウムの分解が促進されるものと推定される。さらに、粉末状微結晶炭素、特に活性炭の表面に上記分解生成物が吸着されることにより、活性炭が酸化されて発熱し、温度上昇によって硝酸アンモニウムの分解がさらに促進される。

しかしながら、ガス発生剤中には安定剤が含有されていることから、その安定剤が硝酸アンモニウムの分解生成物を捕捉し、分解生成物による自触媒反応を中断させて硝酸アンモニウムの分解を抑制するものと考えられる。つまり、ジフェ

ニルアミンやレゾルシノールのような安定剤におけるヘテロ原子と結合しているベンゼン環で前記分解生成物が捕捉される。

それにより、硝酸アンモニウムの分解を抑制してガス発生剤の経時安定性を向上させることができるとともに、粉末状微結晶炭素に対する分解生成物の吸着による発熱反応を抑制し、温度上昇による硝酸アンモニウムの分解抑制を図ることができる。よって、ガス発生剤の経時的安定性を維持することができる。

以上の実施形態により発揮される効果について、以下にまとめて説明する。

- ・実施形態で述べたガス発生剤組成物によれば、安定剤が硝酸アンモニウムの分解生成物を捕捉して硝酸アンモニウムの分解を抑制することから、経時安定性、例えば107℃の雰囲気中で400時間放置するというような高温での経時安定性に優れている。

- ・また、ガス発生剤組成物によれば、硝酸アンモニウムに加え、適正量の粉末状微結晶炭素と安定剤が配合されているため、適度な燃焼速度を得ることができる。

- ・ガス発生剤組成物によれば、硝酸アンモニウムと粉末状微結晶炭素と安定剤とが酸素バランスがとれるように含有されていることから、ガス発生剤の燃焼時に一酸化炭素を実質的に生成するおそれがない。

- ・ガス発生剤組成物は、硝酸アンモニウムと粉末状微結晶炭素と安定剤とにより構成され、格別感度を高める成分が含まれていないので、感度が適正でその取扱いが容易である。

- ・ガス発生剤組成物は、安価な硝酸アンモニウムが大部分で、粉末状微結晶炭素と安定剤の含有量が少ないことから、製造コストの低減を図ることができる。

- ・ガス発生剤組成物は硝酸アンモニウムと粉末状微結晶炭素と安定剤とが所定の含有量で配合されていることから、前述した経時安定性、特に高温での経時安定性を向上させることができるうえ、適度な燃焼速度、一酸化炭素の実質的な非生成、適正な感度による取扱いの容易性及び製造コストの低減という各性能をバランス良く発揮することができる。

- ・ガス発生剤組成物によれば、粉末状微結晶炭素の含有量を硝酸アンモニウムの

含有量に対して1.5～6重量%、安定剤の含有量を粉末状微結晶炭素の含有量に対して10～200重量%に設定することにより、粉末状微結晶炭素と安定剤の機能を相乗的に発揮させることができる。このため、ガス発生剤の経時安定性及び燃焼速度をさらに向上させ、また一酸化炭素の生成をさらに抑制することができる。

・ガス発生剤組成物によれば、硝酸アンモニウムの平均粒子径を1～1000 μm 、粉末状微結晶炭素の平均粒子径を1～500 μm でかつ比表面積を5～1600 m^2/g 、安定剤の平均粒子径を0.1～500 μm に設定することにより、ガス発生剤成形物の製造性を向上させ、成形物の機械的特性も向上させることができる。

実施例

以下に、実施例及び比較例を挙げて、前記実施形態のガス発生剤組成物についてさらに具体的に説明する。

(実施例1)

平均粒径15 μm の硝酸アンモニウム93.2重量%、比表面積約950 m^2/g の活性炭4.5重量%、平均粒径20 μm のジフェニルアミン2.3重量%を混合した後、この混合物をロータリー式打錠機を使用して直径7mm×薬長3.5mmの円柱状成形物を調製した。このガス発生剤組成物を用いて、図2に示す密閉ボンブ試験装置により燃焼時の生成ガス中の一酸化炭素濃度及び燃焼速度を求めた。

さらに、このガス発生剤組成物を用いて、107℃で400時間の経時安定性試験を行った。そして、経時安定性試験後の重量を測定し、重量減少率を求めた。また、経時安定性試験後のガス発生剤組成物を用いて密閉ボンブ試験装置により燃焼時の生成ガス中の一酸化炭素濃度及び燃焼速度を求めた。その結果を表1に示した。

(一酸化炭素及び燃焼速度の測定方法)

まず、密閉ポンプ試験装置について説明する。図2に示すように、ポンプ本体6内には一定容積を有する燃焼室7が設けられ、その燃焼室7にはガス発生剤成形物1が装填される。図2においてポンプ本体6の左端側には燃焼室7内にガス発生剤成形物1を装填したり、密閉したりするための栓体8が装着され、ボルト9により着脱可能になっている。同じくポンプ本体6の左端側には、接続配線10を介して点火装置11が接続されている。

燃焼室7内における栓体9の内端面には一对の電極12が取り付けられ、図2において上方の電極12は前記接続配線10に接続され、下方の電極12はポンプ本体6に接続されている。両電極12には導線を介して点火玉13が取り付けられている。そして、点火装置11を作動させることにより接続配線10、電極12などを経て点火玉13が点火し、燃焼室7のガス発生剤成形物1を着火させて燃焼させるようになっている。

ポンプ本体6の側壁には、ガス抜き用バルブ14が取り付けられており、サンプリング管15を介して燃焼室7と連通されている。このガス抜き用バルブ14から燃焼室7内のガスをサンプリングし、その燃焼特性を評価できるようになっている。

なお、ポンプ本体6の右端には圧力変換器16が取り付けられ、連通管17を介して燃焼室7と連通している。この圧力変換器16から試料が燃焼した際の燃焼時間と燃焼圧力との関係を求めることができるようになっている。

そして、栓体8を抜いた状態で燃焼室7内にガス発生剤成形物1を装填比重0.1 g/mlで装填する。次いで、栓体8を閉めた後、点火装置11にて燃焼室7のガス発生剤成形物1を着火する。ガス発生剤成形物1の燃焼後、ガス抜き用バルブ14から生成ガスを採取する。採取された生成ガスについて、ガスクロマトグラフィーを用いて一酸化炭素濃度を求めた。

さらに、ガス発生剤成形物1が燃焼したときの燃焼時間と燃焼圧力との関係を圧力変換器16を介してオシロスコープにて計測し、燃焼圧力20.6 MPaでの燃焼速度を求めた。

(高温経時安定性試験方法)

サンプル瓶に、秤量したガス発生剤組成物を入れた後、 107°C に調温された恒温槽に入れて400時間放置した。その後、ガス発生剤組成物を恒温槽より取り出して重量測定を行った。

(高温経時安定性評価方法)

ガス発生剤を 107°C の雰囲気中に400時間放置させた際、ガス発生剤が分解せず、さらに重量減少が5%以内であることが本試験の要求値である。

(実施例2～11)

表1及び表2に示した組成で、実施例1と同様の方法によりガス発生剤組成物を各々製造し、各々の特性を実施例1と同じ方法で評価した。それらの結果を表1及び表2に示した。

表 1

| 実施例 | 組成 (重量%) | 経時安定性 試験前 | | 経時安定性 試験後 | | |
|-----|---|-------------------------|--------------------|-------------------------|--------------------|------------------|
| | | 生成ガス中の CO濃度 (ppm) | 燃焼 速度 (mm/秒) | 生成ガス中の CO濃度 (ppm) | 燃焼 速度 (mm/秒) | 重量 減少率 (%) |
| 1 | 硝酸アンモニウム 93.2 活性炭 4.5 ジフェニルアミン 2.3 | 0 | 23.5 | 0 | 21.2 | 0.8 |
| 2 | 硝酸アンモニウム 93.2 活性炭 4.5 レゾルシノール 2.3 | 0 | 22.9 | 0 | 20.2 | 1.2 |
| 3 | 硝酸アンモニウム 93.2 活性炭 4.5 ジエチルジフェニルウレア 2.3 | 0 | 24.4 | 0 | 21.6 | 1.9 |
| 4 | 硝酸アンモニウム 93.0 活性炭 2.0 ジフェニルアミン 5.0 | 1700 | 15.8 | 1800 | 14.8 | 0.3 |
| 5 | 硝酸アンモニウム 93.2 カーボンブラック 4.5 ジフェニルアミン 2.3 | 0 | 18.3 | 0 | 16.1 | 0.4 |
| 6 | 硝酸アンモニウム 93.0 カーボンブラック 2.0 ジフェニルアミン 5.0 | 1700 | 12.1 | 1800 | 11.0 | 0.2 |
| 7 | 硝酸アンモニウム 98.0 活性炭 1.3 ジフェニルアミン 0.7 | 0 | 12.5 | 0 | 12.4 | 0.5 |
| 8 | 硝酸アンモニウム 93.0 活性炭 5.7 ジフェニルアミン 1.3 | 2000 | 23.0 | 2700 | 19.4 | 1.2 |
| 9 | 硝酸アンモニウム 95.1 活性炭 4.5 ジフェニルアミン 0.4 | 0 | 22.1 | 2900 | 18.9 | 3.6 |

(実施例 12)

平均粒径 $15 \mu\text{m}$ の硝酸アンモニウム 89.3 重量%、比表面積約 $950 \text{ m}^2/\text{g}$ の活性炭 1.8 重量%、ジフェニルアミン 0.9 重量%、酢酸セルロースの 8.0 重量%を混合して混合物を得た。その混合物に対し、酢酸エチルを 50 重量%加え、いわゆるウェルナー混和機で均一に混合した。なお、ウェルナー混和機は、横方向に延びる回転軸に支持された攪拌羽根により攪拌、混合する装置である。

次いで、この混合物を押出装置に装填した。押出装置には予め 3.5 mm のダイス及び 2.2 mm のピンが取り付けられており、ガス発生剤成形物は圧力を加えることにより、このダイスを通りながら押出されて単孔状に成形される。この成形物を 4.0 mm の長さに裁断し、乾燥することにより粒状のガス発生剤組成物を得た。

そして、その粒状ガス発生剤成形物について、実施例 1 と同じ方法で各特性を評価した。それらの結果を表 2 に示した。

(実施例 13～15)

表 2 に示した組成で、実施例 13 と同様の方法によりガス発生剤組成物を各々製造し、各々の特性を実施例 13 と同じ方法で評価した。それらの結果を表 2 に示した。

表 2

| 実施例 | 組成 (重量%) | 経時安定性 試験前 | | 経時安定性 試験後 | | |
|-----|--|------------------|-------------|------------------|-------------|-----------|
| | | 生成ガス中のCO濃度 (ppm) | 燃焼速度 (mm/秒) | 生成ガス中のCO濃度 (ppm) | 燃焼速度 (mm/秒) | 重量減少率 (%) |
| 10 | 硝酸アンモニウム 88.9 活性炭 4.0 RDX 5.0 ジフェニルアミン 2.1 | 0 | 27.8 | 0 | 25.8 | 0.7 |
| 11 | 硝酸アンモニウム 89.4 活性炭 1.6 RDX 5.0 ジフェニルアミン 4.0 | 3400 | 14.7 | 3500 | 13.8 | 0.2 |
| 12 | 硝酸アンモニウム 89.3 活性炭 1.8 酢酸セルロース 8.0 ジフェニルアミン 0.9 | 0 | 12.8 | 0 | 11.2 | 0.7 |
| 13 | 硝酸アンモニウム 89.3 活性炭 1.8 酢酸セルロース 8.0 レソールシノール 0.9 | 0 | 12.7 | 0 | 10.4 | 1.4 |
| 14 | 硝酸アンモニウム 89.3 活性炭 1.8 酢酸セルロース 8.0 ジエチルジフェニルウレア 0.9 | 0 | 13.7 | 0 | 11.1 | 1.7 |
| 15 | 硝酸アンモニウム 85.0 活性炭 1.3 RDX 5.0 酢酸セルロース 8.0 ジフェニルアミン 0.7 | 0 | 15.7 | 0 | 13.0 | 0.8 |

(比較例 1 ～ 1 2)

それぞれ表 3 及び表 4 に示した組成で、比較例 1 ～ 1 0 は実施例 1 と同様の方法により、また、比較例 1 1 ～ 1 2 は実施例 1 2 と同様の方法によりガス発生剤組成物を製造した。そして、各々の特性を実施例 1 と同じ方法で評価した。それらの結果を表 3 及び表 4 に示した。

表 3

| 比較例 | 組成 (重量%) | 経時安定性 試験前 | | 経時安定性 試験後 | | |
|-----|---|-------------------------|--------------------|-------------------------|--------------------|------------------|
| | | 生成ガス中の CO濃度 (ppm) | 燃焼 速度 (mm/秒) | 生成ガス中の CO濃度 (ppm) | 燃焼 速度 (mm/秒) | 重量 減少率 (%) |
| 1 | 硝酸アンモニウム 100.0 | 0 | 2.0 | 0 | 1.8 | 0.3 |
| 2 | 硝酸アンモニウム 97.7 ジフェニルアミン 2.3 | 0 | 1.9 | 0 | 1.9 | 0.1 |
| 3 | 硝酸アンモニウム 93.1 活性炭 6.9 | 0 | 28.0 | — | — | 試験中に分解 |
| 4 | 硝酸アンモニウム 93.1 カーボンブラック 6.9 | 0 | 20.3 | 5400 | 13.2 | 9.5 |
| 5 | 硝酸アンモニウム 93.1 活性炭 6.8 ジフェニルアミン 0.1 | 0 | 27.2 | — | — | 試験中に分解 |
| 6 | 硝酸アンモニウム 92.4 活性炭 1.5 ジフェニルアミン 6.1 | 5400 | 12.1 | 5500 | 11.6 | 0.3 |
| 7 | 硝酸アンモニウム 93.1 カーボンブラック 6.8 ジフェニルアミン 0.1 | 0 | 20.5 | 4900 | 15.3 | 8.8 |
| 8 | 硝酸アンモニウム 92.4 カーボンブラック 1.5 ジフェニルアミン 6.1 | 5400 | 10.9 | 5600 | 10.3 | 0.2 |
| 9 | 硝酸アンモニウム 88.9 活性炭 6.0 RDX 5.0 ジフェニルアミン 0.1 | 0 | 29.2 | — | — | 試験中に分解 |

(比較例 1 3 及び 1 4)

硝酸アンモニウム 8 5 重量%と硝酸カリウム 1 5 重量%を溶融槽内で混合した後、圧縮機からの圧縮空気で溶融物を噴霧して調製した相転移抑制型硝酸アンモニウムと、活性炭又はカーボンブラックとを表 4 に示した組成比率で、実施例 1 と同様の方法によりガス発生剤組成物を製造した。そして、各々の特性を実施例 1 と同じ方法で評価した。それらの結果を表 4 に示した。

表 4

| 比較例 | 組成 (重量%) | 経時安定性 試験前 | | 経時安定性 試験後 | | |
|-----|--|------------------|-------------|------------------|-------------|-----------|
| | | 生成ガス中のCO濃度 (ppm) | 燃焼速度 (mm/秒) | 生成ガス中のCO濃度 (ppm) | 燃焼速度 (mm/秒) | 重量減少率 (%) |
| 10 | 硝酸アンモニウム 87.4 活性炭 1.5 RDX 5.0 ジフェニルアミン 6.1 | 5600 | 14.7 | 5800 | 13.8 | 0.2 |
| 11 | 硝酸アンモニウム 89.3 活性炭 2.6 酢酸セルロース 8.0 ジフェニルアミン 0.1 | 0 | 13.1 | 5100 | 9.8 | 10.2 |
| 12 | 硝酸アンモニウム 85.0 活性炭 1.9 RDX 5.0 酢酸セルロース 8.0 ジフェニルアミン 0.1 | 0 | 17.0 | 6000 | 13.1 | 9.8 |
| 13 | 相転移抑制型 硝酸アンモニウム 92.2 活性炭 7.8 | 0 | 32.8 | — | — | 試験中に分解 |
| 14 | 相転移抑制型 硝酸アンモニウム 92.2 カーボンブラック 7.8 | 0 | 21.8 | — | — | 試験中に分解 |

表 1 から表 4 の試験結果より次のようなことがわかった。

比較例 1 に示したように、硝酸アンモニウムのみでは、一酸化炭素濃度及び経時安定性については問題ないが、燃焼速度が非常に遅いものであり、ガス発生剤としては使用不可能であった。従って、ガス発生剤としての効果を発揮させるためには粉末状微結晶炭素を配合する必要があることがわかった。

比較例 2 に示したように、硝酸アンモニウムにジフェニルアミンを配合すると重量減少率が 0.1 % になり、経時安定性は向上するが、依然として燃焼速度が非常に遅いものであった。

硝酸アンモニウムに活性炭と安定剤であるジフェニルアミンを配合した実施例 1 の場合には、経時安定性試験を行った後のガス発生剤は分解することなく、重量減少率も 0.8 % であった。それに対して、安定剤を使用しない比較例 3 の場合には経時安定性試験中に分解してしまうことがわかった。この結果から、安定剤の配合は経時安定性に大きく寄与することがわかった。

また、粉末状微結晶炭素としてカーボンブラックを使用し、安定剤を配合した実施例 5 の場合には、重量減少率が 0.4 % であり、経時安定性試験後の一酸化炭素濃度の増加はなく、また燃焼速度についても大幅な低下はなかった。それに対して、安定剤を使用しない比較例 4 の場合には、経時安定性試験後の重量減少率が 9.5 % であり、一酸化炭素濃度が大幅に増加し、そのうえ燃焼速度についても大幅な低下が見られた。

また、実施例 1 ～ 実施例 3 の試験結果を比較すると、安定性を向上できる効果の高い安定剤は、ジフェニルアミン、レゾルシノール、そしてジエチルジフェニルウレアの順であった。

また、安定剤の配合量が、硝酸アンモニウム、粉末状微結晶炭素及び安定剤の総量に対して 0.2 ～ 6 重量 % である全ての実施例においては、生成ガス中の一酸化炭素濃度は 4000 ppm 以上になることはなく、燃焼速度は適切であり、また経時安定性試験後の性能についても問題ないことがわかった。なお、安定剤であるジフェニルアミンの含有量が粉末状微結晶炭素の含有量に対して 10 ～ 200 重量 % という好ましい範囲を外れている場合（実施例 4、6、9 及び 11）、生成ガス中の一酸化炭素濃度、燃焼速度及び重量減少率のいずれかの性能が低下した。

一方、安定剤の含有量が硝酸アンモニウム、粉末状微結晶炭素及び安定剤の総量に対して 6 重量 % を越えた場合（比較例 6、8、10）には、燃焼速度及び経

時安定性については問題ないが、生成ガス中の一酸化炭素濃度が5000ppm以上に増大することがわかった。

また、安定剤の含有量が、硝酸アンモニウム、粉末状微結晶炭素及び安定剤の総量に対して0.2重量%未満になった場合（比較例5、7、9、11、12）には、経時安定性試験前の生成ガス中の一酸化炭素濃度及び燃焼速度については問題ないが、経時安定性試験後に重量減少率が大きくなったり、分解したり、生成ガス中の一酸化炭素濃度が増大したりすることがわかった。

また、高エネルギー物質を配合した場合には燃焼速度がさらに向上することがわかった。さらに、結合剤を配合した場合には成形物の機械的物性が向上し、取り扱いが容易となることがわかった。

また、相転移抑制型硝酸アンモニウムを使用した場合（比較例13、14）、生成ガス中の一酸化炭素濃度及び燃焼速度については問題ないが、経時安定性試験後に分解し、通常の硝酸アンモニウムを使用した場合よりも経時安定性が悪くなることがわかった。

なお、前記硝酸アンモニウムが相転移抑制型硝酸アンモニウムである場合、温度による硝酸アンモニウムの結晶構造の変化を防止でき、ガス発生剤の粉化を抑制することができる。

さらに、高エネルギー物質をガス発生剤組成物に含有させた場合、ガス発生剤組成物の燃焼速度を向上でき、ガス発生剤成形物の設計の自由度を広げることができ、その製造を容易にすることができる。

ガス発生剤組成物に結合剤及び可塑剤を含有させた場合、ガス発生剤成形物の製造を容易にできるとともに、ガス発生剤成形物の機械的物性を向上させることができる。

また、ガス発生剤組成物を外径5～40mm及び長さ5～40mmの柱状に成形し、その内部に軸線方向に延びる7個若しくは19個の貫通孔をほぼ均等距離をおいて穿設し、その貫通孔の内径を1～10mm、表面から貫通孔までの厚みを3mm以下となるように構成してもよい。または、ガス発生剤組成物を外径3

～10mm及び長さ2～10mmの柱状に成形し、その中心に軸線方向に延びる1個の貫通孔を穿設し、その貫通孔の孔径を1～8mm、表面から貫通孔までの厚みを3mm以下となるように構成してもよい。このような場合、ガス発生剤成形物をエアバック用に適した形状に賦形でき、ガス発生装置に容易に装填できて、エアバック用ガス発生剤としての効果を有効に発揮させることができる。

ガス発生剤組成物を外径0.5～5mm及び長さ0.5～5mmの柱状に成形し、その中心に軸線方向に延びる1個の貫通孔を穿設し、その貫通孔の孔径を0.1～4mm、表面から貫通孔までの厚みを1mm以下となるように構成してもよい。この場合、ガス発生剤成形物をプリテンショナー装置用に適した形状に賦形でき、ガス発生装置に容易に装填できて、プリテンショナー装置用ガス発生剤としての効果を有効に発揮させることができる。

ガス発生剤組成物に有機溶剤を加えて塊状体とし、その塊状体を押出装置により所定形状に押出し成形するようにした場合、所定形状のガス発生剤組成物を容易に、しかも効率良く製造することができる。

前記安定剤は、ジフェニルアミン、レゾルシノール及びジエチルジフェニルウレアから選ばれた少なくとも一種としてもよい。この場合、優れた経時安定性、特に高温での優れた経時安定性を確実に発揮することができる。

産業上の利用可能性

以上詳述したように、この発明のガス発生剤組成物によれば、経時安定性、特に高温での経時安定性に優れ、適度な燃焼速度を有し、実質的に一酸化炭素を生成せず、感度が適正で取扱いが容易であり、しかも製造コストの低減を図ることができる。

請求の範囲

1. 酸化剤としての硝酸アンモニウム、還元剤としての粉末状微結晶炭素及び安定剤よりなり、硝酸アンモニウム、微結晶炭素及び安定剤の総量に対して硝酸アンモニウムの含有量が89～99重量%、微結晶炭素の含有量が1～6重量%及び安定剤の含有量が0.2～6重量%であるガス発生剤組成物。

2. 前記微結晶炭素の含有量が硝酸アンモニウムの含有量に対して1.5～6重量%であり、安定剤の含有量が微結晶炭素の含有量に対して10～200重量%である請求項1に記載のガス発生剤組成物。

3. 前記硝酸アンモニウムの平均粒子径が1～1000 μm であり、微結晶炭素の平均粒子径が1～500 μm でかつ比表面積が5～1600 m^2/g であり、安定剤の平均粒子径が0.1～500 μm である請求項1又は請求項2に記載のガス発生剤組成物。

4. 前記硝酸アンモニウムが相転移抑制型の硝酸アンモニウムである請求項1から請求項3のいずれかに記載のガス発生剤組成物。

5. 高エネルギー物質を更に含有する請求項1から請求項4のいずれかに記載のガス発生剤組成物。

6. 結合剤及び可塑剤を更に含有する請求項1から請求項5のいずれかに記載のガス発生剤組成物。

7. 前記ガス発生剤組成物を外径5～40mm及び長さ5～40mmの柱状に成形し、その内部に軸線方向に延びる7個若しくは19個の貫通孔をほぼ均等距離をおいて穿設し、その貫通孔の内径を1～10mm、表面から貫通孔までの厚みを3mm以下となるように構成した請求項1から請求項6のいずれかに記載のガス発生剤組成物。

8. 請求項1から請求項6のいずれかに記載の前記ガス発生剤組成物を、外径3～10mm及び長さ2～10mmの柱状に成形し、その中心に軸線方向に延びる1個の貫通孔を穿設し、その貫通孔の孔径を1～8mm、表面から貫通孔まで

の厚みを 3 mm 以下となるように構成したガス発生剤成形物。

9. 請求項 1 から請求項 6 のいずれかに記載の前記ガス発生剤組成物を、外径 0.5 ~ 5 mm 及び長さ 0.5 ~ 5 mm の柱状に成形し、その中心に軸線方向に延びる 1 個の貫通孔を穿設し、その貫通孔の孔径を 0.1 ~ 4 mm、表面から貫通孔までの厚みを 1 mm 以下となるように構成したガス発生剤成形物。

10. 請求項 6 に記載の前記ガス発生剤組成物に有機溶剤を加えて塊状体とし、その塊状体を押出装置により所定形状に押出し成形するガス発生剤成形物の製造方法。

11. 前記安定剤は、ジフェニルアミン、レゾルシノール及びジエチルジフェニルウレアから選ばれた少なくとも一種である請求項 1 から請求項 3 のいずれかに記載のガス発生剤組成物。

Fig.1 (a)

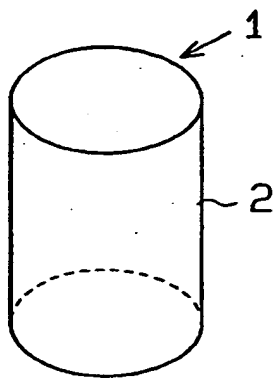


Fig.1 (b)

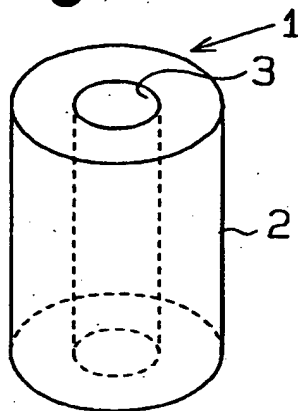


Fig.1 (c)

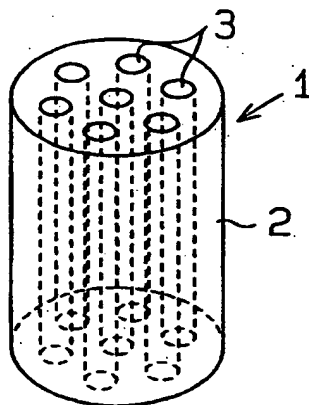


Fig.1 (d)

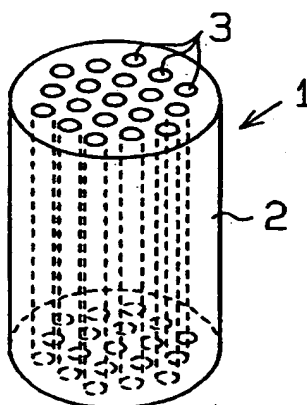


Fig.1 (e)

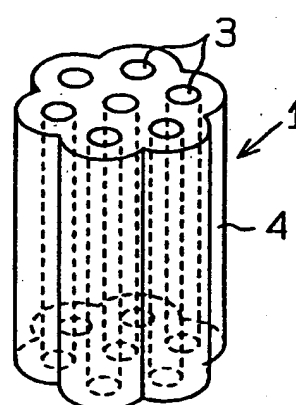


Fig.1 (f)

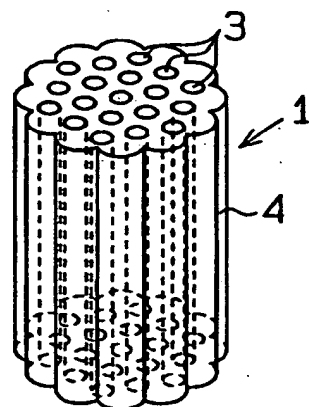


Fig.1 (g)

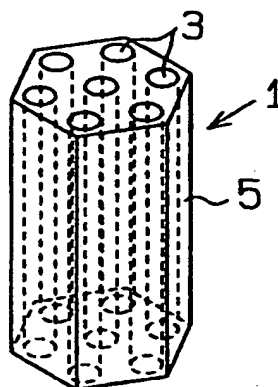
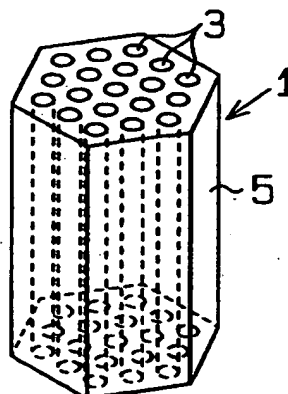
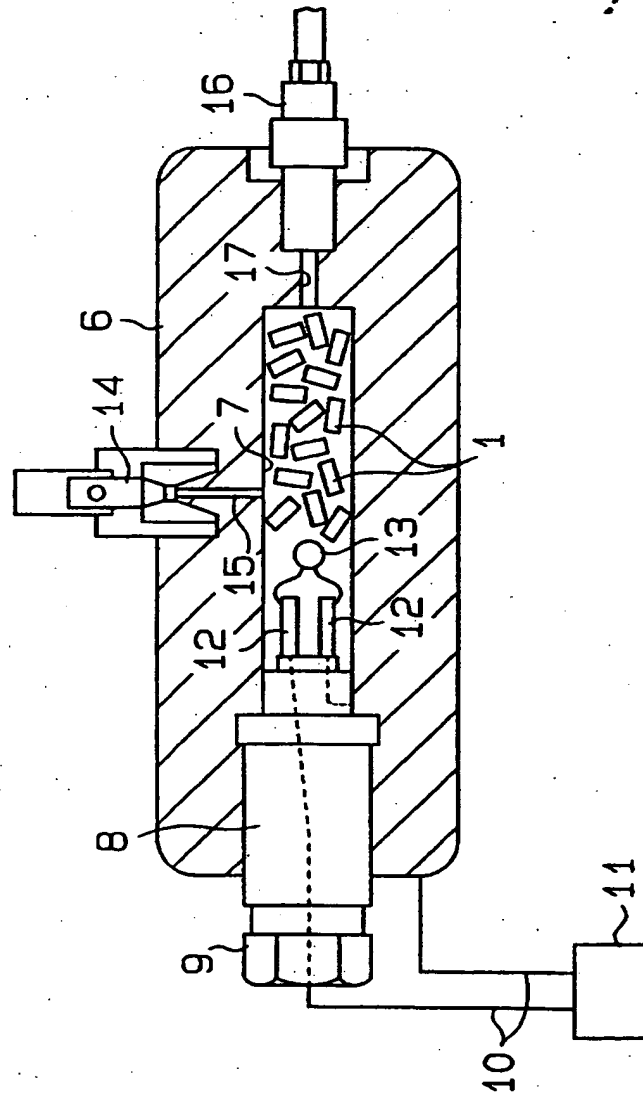


Fig.1 (h)



THIS PAGE BLANK (USPTO)

Fig. 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/05666

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C06D5/00, C06B31/28, F42B3/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C06D5/00, C06B31/28, F42B3/10, B60R21/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAPLUS (STN)
 REGISTRY (STN)
 WPIS (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| Y | JP, 11-92265, A (Daicel Chemical Industries, Ltd.), 06 April, 1999 (06.04.99), abstract; Claims; Par. No. [0040] (Family: none) | 1-11 |
| Y | JP, 10-120484, A (NOF Corporation), 12 May, 1998 (12.05.98), abstract; Claims; Par. Nos. [0035], [0042], [0043], [0050], [0072]; Fig. 1 (Family: none) | 1-11 |
| A | JP, 7-267770, A (Asahi Chemical Industry Co., Ltd.), 17 October, 1995 (17.10.95), abstract; Claims; example 1 (Family: none) | 1-11 |
| A | JP, 58-79896, A (Mitsubishi Kasei Kogyo K.K.), 13 May, 1983 (13.05.83), Claims; page 2, lower left column, "Table" (Family: none) | 1-11 |
| A | JP, 58-79895, A (Mitsubishi Kasei Kogyo K.K.), 13 May, 1983 (13.05.83), Claims; page 3, upper left column, "Table" (Family: none) | 1-11 |



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T"

- later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
 17 December, 1999 (17.12.99)

Date of mailing of the international search report
 28 December, 1999 (28.12.99)

Name and mailing address of the ISA/
 Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/05666

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| Y | US, 5589661, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.), 31 December, 1996 (31.12.96), abstract; example; Table1; Claims & EP, 705808, A1 | 1-11 |
| Y | US, 5596168, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.), 21 January, 1997 (21.01.97), abstract; example; Tables 1,2; Claims & EP, 705809, A1 | 1-11 |
| Y | EP, 576326, A1 (S.N.C. LIVBAG), 29 December, 1993 (29.12.93), abstract; page 5, lines 1 to 22; examples 1, 2; Claims & JP, 6-92770, A abstract; Claims; Par. Nos. [0025] to [0029]; example | 1-11 |
| A | US, 3886008, A (Melvin A. Cook), 27 May, 1975 (27.05.75), abstract; Claims (Family: none) | 1-11 |

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C 06 D 5/00, C 06 B 31/28, F 42 B 3/10

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C 06 D 5/00, C 06 B 31/28, F 42 B 3/10, B 60 R 21/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-1999年

日本国登録実用新案公報 1994-1999年

日本国実用新案登録公報 1996-1999年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAPLUS (STN)

REGISTRY (STN)

WPIS (STN)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--|------------------|
| Y | J P, 11-92265, A (ダイセル化学工業株式会社) 6. 4月. 1999 (06. 04. 99) 【要約】、【特許請求の範囲】、段落【0040】 (ファミリーなし) | 1-11 |
| Y | J P, 10-120484, A (日本油脂株式会社) 12. 5月. 1998 (12. 05. 98) 【要約】、【特許請求の範囲】、段落【0035】、【0042】、 【0043】、【0050】、【0072】、【図1】 (ファミリーなし) | 1-11 |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

17. 12. 99

国際調査報告の発送日

28.12.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

平塚 政宏

4 V

9041

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| A | JP, 7-267770, A (旭化成工業株式会社) 17. 10月. 1995 (17. 10. 95) 【要約】、【特許請求の範囲】、【実施例1】 (ファミリーなし) | 1-11 |
| A | JP, 58-79896, A (三菱化成工業株式会社) 13. 5月. 1983 (13. 05. 83) 特許請求の範囲、第2頁左下欄「表」 (ファミリーなし) | 1-11 |
| A | JP, 58-79895, A (三菱化成工業株式会社) 13. 5月. 1983 (13. 05. 83) 特許請求の範囲、第3頁左上欄「表」 (ファミリーなし) | 1-11 |
| Y | US, 5589661, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.) 31. 12月. 1996 (31. 12. 96) 要約、実施例、表1、特許請求の範囲 & EP, 705808, A1 | 1-11 |
| Y | US, 5596168, A (Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.) 21. 1月. 1997 (21. 01. 97) 要約、実施例、表1、表2、特許請求の範囲 & EP, 705809, A1 | 1-11 |
| Y | EP, 576326, A1 (S.N.C. LIVBAG) 29. 12月. 1993 (29. 12. 93) 要約、第5頁1~22行、実施例1、実施例2、特許請求の範囲 & JP, 6-92770, A: 要約、特許請求の範囲、 段落【0025】~【0029】、【実施例】 | 1-11 |
| A | US, 3886008, A (Melvin A. Cook) 27. 5月. 1975 (27. 05. 75) 要約、特許請求の範囲 (ファミリーなし) | 1-11 |